

Avaliação do uso de somatória de linhas para a determinação de Cd por espectrometria de emissão óptica com plasma acoplado indutivamente

*Daniela Schiavo (PG)¹, Lílian C. Trevizan (PQ)², Edenir R. P. Filho(PQ)¹ e Joaquim A. Nóbrega (PQ)¹

danischiavo@yahoo.com.br

¹Grupo de Análise Instrumental Aplicada, Departamento de Química, Universidade Federal de São Carlos, São Carlos, SP

²Centro de Energia Nuclear na Agricultura, Universidade de São Paulo, CENA/USP, Piracicaba, SP

Palavras Chave: múltiplas linhas, cádmio, somatória, ICP OES

Introdução

Com a introdução de espectrômetros com sistema óptico Littrow com rede de difração echelle e detector de estado sólido (CCD, detector de carga acoplada) possibilitou a medida rápida de várias linhas de emissão por elemento. Com a utilização de mais de duas linhas por elemento algumas vantagens podem ser alcançadas como a diminuição do efeito de matriz e erros sistemáticos causados por interferências espectrais.¹

Nesse trabalho, foram utilizadas diversas linhas espectrais para cádmio com o intuito de melhorar as figuras de mérito que são usadas para caracterizar um método analítico em ICP OES tais como sensibilidade, limites de detecção e quantificação, faixa linear de calibração e exatidão.

Resultados e Discussão

As medidas foram realizadas em ICP OES (Vista AX, Varian) com configuração axial, operando com 1,0 kW de potência, 0,8 L min⁻¹ de vazão do gás de nebulização e 1,0 s de tempo de integração do sinal.

Foram preparadas soluções contendo 10, 20, 30, 40, 50, 60, 100 e 150 µg L⁻¹ de Cd em meio de ácido nítrico 0,014 mol L⁻¹ e na presença dos concomitantes Na(I), K(I), Ca(II) e Mg(II) com concentração de 100 mg L⁻¹. As medidas foram realizadas nos 6 comprimentos de onda de maior intensidade do Cd (226,502; 214,439; 228,802; 508,582; 361,051 e 326,105 nm) e avaliados os parâmetros do modelo de calibração para escolher qual combinação de linhas de emissão fornece melhor precisão com menor erro (menores valores de Press – *Predicted error sum of squares* e RMSEP – *Root means square error of prediction*). No total foram 63 combinações. A Tabela 1 mostra a melhor combinação de linhas de emissão para Cd em comparação com a linha de emissão de maior intensidade na ausência de concomitantes. Os resultados indicaram que as medidas com a somatória de intensidade para múltiplos comprimentos de onda apresentaram melhor precisão com menor erro na presença e ausência de concomitantes. Na Tabela 2 estão os limites de detecção e quantificação, BEC's (concentração equivalente ao sinal de fundo), e coeficiente de

variação (RSD_{BCCO}, n = 10) na ausência de concomitantes para a melhor combinação de linhas de emissão comparando com o comprimento de onda mais sensível. Os valores de recuperação para as concentrações de 10, 20, 30, 40, 50 e 60 µg L⁻¹ sem concomitantes variaram de 93,7-101,1% para a linha mais sensível e de 96,4-105,6% para a melhor combinação de linhas de emissão.

Tabela 1. Múltiplas linhas para Cd e a comparação com a linha de emissão mais sensível

λ (nm)	sem concomitantes				
	a	b	R ²	Press	RMSEP
214,439 (II)	18,56	-33,46	1,000	7,1	0,9
228,802 (I)					
508,582 (I)					
361,051 (I)					
326,105 (I)					
226,502 (II)					
Todos	13,92	-25,04	1,000	11,6	1,2
Todos	32,48	-58,66	1,000	8,41	1,0

* I: linha atômica; II: linha iônica; a: coeficiente angular; b: coeficiente linear; R²: coeficiente de correlação linear

Tabela 2. Comparação entre LOD (µg/L), LOQ (µg/L), BEC, RSD (n = 10) obtidos para Cd

λ (nm)	BEC	LOD	LOQ	RSD _{BCCO}
214,439 (II)	8,2	6,3	21,0	25,7
228,802 (I)				
508,582 (I)				
361,051 (I)				
326,105 (I)				
226,502 (II)				
Todos	3,0	9,3	30,9	103,4
Todos	5,9	5,3	17,8	29,9

* I: linha atômica; II: linha iônica;

Conclusões

Portanto, a somatória das intensidades para múltiplos comprimentos de onda possibilitou uma expansão da sensibilidade analítica do ICP OES. Dessa forma, pretende-se avaliar se a estratégia da somatória das intensidades de várias linhas de emissão para cada elemento possibilita atender a CONAMA n° 357.

Agradecimentos

CAPES, FAPESP e CNPq

¹Kucharkowski, R.; Jankova, D.; Herrmann, E e John, A. *Fresenius J. Anal. Chem.*, **1998**, 361, 532.